

ELECTROSTATIC FLUIDIZED BATH WITH SEMICONDUCTOR ELECTRODE

Publication number: FR2720959

Publication date: 1995-12-15

Inventor: BLAVETTE JEAN-PIERRE; DREBLER PETER;
TEDOLDI ARNAUD

Applicant: ATOCHEM ELF SA (FR)

Classification:

- international: *B05D1/24; B05C19/00; B05C19/02; C09D5/03;
C09D5/46; C09D123/00; C09D163/00; C09D167/00;
C09D177/00; C25D13/00; C25D13/06; B05D1/22;
B05C19/00; C09D5/03; C09D5/46; C09D123/00;
C09D163/00; C09D167/00; C09D177/00; C25D13/00;
C25D13/04; (IPC1-7): H01B1/20; B05D1/24; B01J8/42;
B01J8/46; B05C19/02; B05D7/20; C09D5/46*

- European: B05C19/02D

Application number: FR19940007214 19940608

Priority number(s): FR19940007214 19940608

Also published as:



WO9533576 (A1)



EP0764058 (A1)



EP0764058 (A0)



CA2192000 (C)

Report a data error here

Abstract of FR2720959

The invention relates to an electrostatic fluidized bath for coating substrates by means of powders which are charged electrostatically when contacting one or a plurality of semiconductor electrodes immersed in the fluidization vat. The semiconductor electrodes have a voluminal resistivity from $10^{<2>}$ to $10^{<8>}$ OMEGA .m, and preferably from $10^{<4>}$ to $10^{<6>}$ OMEGA .m. The coating of the substrates in such baths is particularly regular and uniform regardless of the geometry of substrate to be coated and is appropriate for large size substrates.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 720 959

②1 N° d'enregistrement national : 94 07214

⑤1 Int Cl⁸ : B 05 D 1/24, 7/20, B 05 C 19/02, C 09 D 5/46, B 01 J 8/46, 8/42/H 01 B 1/20

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 08.06.94.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 15.12.95 Bulletin 95/50.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : ELF ATOCHEM (S.A.) — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Blavette Jean-Pierre, Dreblser Peter et Tedoldi Amaud.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Elf Atochem S.A.

⑤4 Bain fluidisé électrostatique avec électrode semi-conductrice pour le revêtement de substrats avec des poudres, poudres utilisables et substrats revêtus de telles poudres.

⑤7 L'invention concerne un bain fluidisé électrostatique pour le revêtement de substrats à l'aide de poudres qui se chargent électrostatiquement au contact d'une ou plusieurs électrodes semi-conductrices plongées dans la cuve de fluidisation.

Les électrodes semi-conductrices présentent une résistivité surfacique comprise entre 10^8 et 10^{12} Ω .m, et de préférence comprise entre 10^8 et 10^{10} Ω .m. Le revêtement des substrats dans de tels bains est particulièrement régulier et uniforme, quelle que soit la géométrie du substrat à revêtir et convient pour des substrats de grande dimension.

FR 2 720 959 - A1



**BAIN FLUIDISE ELECTROSTATIQUE AVEC ELECTRODE SEMI-CONDUCTRICE
POUR LE REVETEMENT DE SUBSTRATS AVEC DES POUDRES
POUDRES UTILISABLES ET SUBSTRATS REVETUS DE TELLES
POUDRES**

5 La présente invention concerne un bain fluidisé électrostatique avec électrode(s) semi-conductrice(s) pour le revêtement de substrats avec des matières plastiques pulvérulentes chargées électrostatiquement.

Il existe différentes techniques de revêtement de substrats métalliques à l'aide de poudres thermoplastiques ou thermodurcissables chargées électrostatiquement :

* par projection électrostatique à l'aide d'un pistolet électrostatique de type Corona ou triboélectrique dans lequel les particules se chargent électrostatiquement avant d'être dirigées vers le substrat à revêtir, maintenu à un potentiel nul (masse)

* par trempage dans un bain électrostatique fluidisé constitué d'une cuve en matière isolante et d'une électrode conductrice reliée à la haute tension, en général dans ou à côté de la dalle poreuse - voir par exemple US 4.381.728 au nom de NORTHERN TELECOM LTD.

La technique de projection électrostatique a pour inconvénients essentiels une limitation de l'épaisseur du revêtement pulvérulent (d'épaisseur en général inférieure à 100 µm) inhérente à la tension appliquée et au pistolet électrostatique due à des phénomènes d'ionisation inverse ou répulsion et l'impossibilité de revêtir uniformément des pièces de géométrie complexe telles que cages de Faraday ; ainsi pour des substrats constitués de fils soudés, des lignes de champ nulles apparaissent aux intersections rendant impossible le revêtement de ces intersections par les poudres.

Le trempage dans un bain électrostatique fluidisé connu présente un risque non négligeable d'arc électrique entre le substrat à revêtir relié à la terre et l'électrode conductrice pouvant entraîner l'inflammation et/ou l'explosion de la masse pulvérulente de la cuve. A cause de ces risques, il est dangereux d'immerger totalement les substrats à revêtir au sein de la masse pulvérulente en fluidisation et oblige donc à utiliser une quantité de poudre minimale. Actuellement, cette technique ne permet le revêtement régulier et uniforme que de substrats de petite dimension et de géométrie très simple tels que fils, câbles ou profilés.

Dans DD 242.353, on a décrit un procédé de trempage dans un bain électrostatique fluidisé où l'électrode de charge est une électrode semi-conductrice contre-collée sur un isolant. Ce système permet de limiter les risques d'inflammation et d'explosion de la masse pulvérulente qui se trouve au sein de la cuve ; toutefois,

pour des pièces complexes et de dimension assez importante, le revêtement n'est ni régulier, ni uniforme.

La présente invention propose un procédé pour revêtir de façon régulière et uniforme des substrats métalliques de dimension importante et de géométrie parfois complexe tels que fils soudés, grilles, paniers de lave-vaisselle, chariots de supermarché, à l'aide de poudres chargées électrostatiquement sans danger de décharge électrique lors du fonctionnement du bain fluidisé selon l'invention et permet d'atteindre des épaisseurs de dépôts de poudre jusqu'à 300 µm sans phénomène d'ionisation inverse ou répulsion électrostatique.

En outre, le procédé de la demanderesse permet, pour des substrats présentant des pointes -tels que les paniers de lave-vaisselle- d'avoir, au niveau de ces pointes, un revêtement de poudre d'épaisseur plus importante qu'aux autres parties du substrat, assurant ainsi une protection accrue contre la corrosion, les phénomènes de corrosion apparaissant en général au niveau de ces pointes.

Le bain fluidisé électrostatique selon l'invention est constitué d'une cuve en matière isolante, par exemple en polychlorure de vinyle (PVC), polypropylène (PP), polyéthylène (PE), polytétrafluoroéthylène (PTFE), polyfluorure de vinylidène (PVDF) le plus souvent de forme parallélépipédique, ou cylindrique. On préfère adapter la forme de la cuve en fonction de la géométrie du substrat à revêtir : lorsque le substrat est un fil ou un tube, il est avantageux de le revêtir dans une cuve de section circulaire (cuve cylindrique), lorsque le substrat est une plaque une cuve de section carrée ou rectangulaire se trouve plus adaptée.

La cuve présente un double fond : une alimentation en air surpressé est prévue dans la partie inférieure de la cuve, dite chambre de tranquillisation (2), laquelle est surmontée par un élément poreux (3) qui peut être une dalle poreuse, un matériau tissé ou fritté (par exemple tissu de PE, PE fritté), sensiblement horizontal également en matière isolante, à travers lequel est insufflé de l'air surpressé destiné à mettre les particules pulvérulentes en suspension. L'air nécessaire à la fluidisation des particules de poudre est introduit dans la chambre d'admission/tranquillisation située au fond de la cuve au-dessous de l'élément poreux par une conduite d'alimentation en air (1) dans laquelle peuvent être intégrés des systèmes de régulation de la température et de l'humidité ainsi que des systèmes de filtration des poussières de l'air. Afin d'éviter la pollution de l'air due au passage intempestif des poudres de la partie supérieure de la cuve vers la chambre d'admission d'air, il est nécessaire de prévoir une bonne étanchéité entre la chambre d'admission d'air d'une part, et la partie de la cuve où sont confinées les particules pulvérulentes d'autre part. Cette étanchéité peut par exemple être assurée par un joint de caoutchouc permettant d'ancrer solidement l'élément poreux aux

parois de la cuve maintenu par des moyens de fixation permanents ou non, tels que vis/écrou. Après passage au travers des trous de l'élément poreux (dalle, tissu ou fritté), l'air arrive dans la cuve (4) proprement dite dans laquelle les matières pulvérulentes ont été introduites et assure la mise en suspension desdites
5 particules. La pression de l'air nécessaire à fluidiser correctement le bain de poudre est sensiblement proportionnelle à la hauteur de poudre introduite dans la cuve. L'expansion volumique des poudres lors de la fluidisation est en général comprise entre 15 et 30 % (exprimée par rapport au volume au repos) et dépend de la nature des poudres de revêtement mises en oeuvre. Lors de la mise en oeuvre du procédé
10 selon l'invention, le substrat est immergé en totalité au-dessous du niveau supérieur de la masse fluidisée (9).

Une ou plusieurs électrodes semi-conductrices (8) ainsi que le ou les substrats à revêtir (5) sont disposés à l'intérieur de la cuve, dans la zone même de fluidisation des particules. Les particules pulvérulentes en suspension se chargent
15 alors électrostatiquement par contact avec la ou les électrodes et sont ensuite attirées par le substrat (5) relié à la terre (6) (potentiel nul) qu'elles viennent recouvrir.

Les électrodes semi-conductrices (8) selon l'invention ont une résistivité surfacique comprise entre 10^6 et $10^{12} \Omega.m$, et de préférence comprise entre 10^8 et
20 $10^{10} \Omega.m$ mesurée selon la norme ASTM D257.

Elles peuvent par exemple être constituées d'une matrice isolante (i-e électriquement neutre) dans laquelle sont incorporées des particules conductrices ou semi-conductrices minérales et/ou organiques. On ajuste la concentration des
particules conductrices ou semi-conductrices au sein de la matrice de façon à
25 atteindre la résistivité surfacique recherchée.

A titre d'exemple de matériaux constitutifs des matrices isolantes, on peut citer tous les matériaux à base de polymères thermoplastiques, thermodurcissables et/ou élastomères et/ou élastomères thermoplastiques (TPE) électriquement
neutres, tels que les polyoléfines, caoutchoucs naturel et/ou synthétique, les TPE à
30 base de polyamide. Les particules conductrices sont introduites dans la matrice isolante selon tout type de procédé adapté à la nature du ou des polymères et/ou élastomères de la matrice isolante, tel que par extrusion, injection, calandrage, par mise en solution ou par précipitation, au cours de la vulcanisation éventuelle de la matrice isolante.

Les particules conductrices ou centres de charge peuvent être à base de
35 noir de carbone, d'oxydes métalliques, de poudres de composés métalliques (Fe, Al, Zn, Ni, Cu, bronze, laiton,...), de graphite. et d'une manière générale de tout additif de résistivité surfacique très inférieure à celle de la matrice isolante.

Dans le cadre de la présente invention, l'électrode semi-conductrice peut également être en matériau semi-conducteur, i-e de résistivité surfacique comprise entre 10^6 et $10^{12} \Omega.m$, et de préférence comprise entre 10^8 et $10^{10} \Omega.m$. Un avantage non négligeable de telles électrodes réside dans le fait qu'un contact entre l'opérateur et l'électrode n'est plus dangereux.

Les électrodes selon l'invention se présentent en général sous forme de parallélépipèdes, éventuellement tronqués dans leur partie supérieure (la section horizontale est supérieure dans le bas de la cuve), la face tronquée étant orientée vers le centre de la cuve (où on place en général le substrat à revêtir) et disposée de façon sensiblement perpendiculaire au fond poreux.

Comme indiqué plus haut, la section horizontale des électrodes selon l'invention est supérieure ou égale dans le bas de la cuve à la section dans le haut de la cuve ; cette variation peut être continue ou non, par exemple linéaire (la section transversale de l'électrode est un trapèze), hyperbolique, parabolique ou en forme de marches d'escalier.

Elles sont reliées à un générateur de haute tension stabilisée (7) délivrant une tension réglable comprise entre 0 et 60 kV, positive ou négative de faible ampérage (en général inférieur à 1 mA) par l'intermédiaire d'un contact de jonction (10) placé à l'arrière de l'électrode, c'est-à-dire sur la face dirigée vers la paroi de la cuve. Le contact de jonction peut être ponctuel ; dans ce cas, on préfère le placer dans la partie supérieure arrière de l'électrode.

On préfère que le contact électrique au niveau de l'électrode ne soit pas assuré par un élément conducteur dangereux pour les opérateurs lors d'une déconnection inopinée mais soit assuré au moyen d'un élément semi-conducteur qui se prolonge au-delà de la cuve, éliminant ainsi tout risque d'électrocution au voisinage de la cuve.

Un autre mode de réalisation préféré de l'électrode selon l'invention consiste à appliquer sur la face arrière de l'électrode décrite précédemment un élément de résistivité inférieure (11), donc plus conducteur, par exemple par collage, co-extrusion, etc. Cet élément plus conducteur peut recouvrir totalement ou partiellement la face arrière de l'électrode. Cette électrode composite permet d'améliorer la répartition des porteurs de charge à la surface de l'électrode de charge i-e sur la face en contact avec les poudres.

Les électrodes selon l'invention peuvent être indépendantes ou solidaires de la cuve de fluidisation. Dans ce dernier cas, elles peuvent être fixées aux parois verticales de la cuve et/ou au fond poreux.

Afin d'éviter le colmatage de la surface de l'électrode dû à l'agglomération de poudres, si les électrodes sont indépendantes du bain fluidisé, on peut leur faire

subir des mouvements vibratoires destinés à décoller les amas de poudres, lorsque les électrodes sont solidaires de la cuve, l'ensemble cuve+électrode(s) peut être soumis à un système de vibrations mécaniques.

Les substrats à revêtir selon le procédé mis au point par la demanderesse ne doivent pas être neutres électriquement, ils peuvent être semi-conducteurs ou conducteurs. Lors du revêtement par les poudres chargées électrostatiquement, leur température ne doit pas être supérieure à 100 °C. on peut donc procéder au revêtement de substrat à température ambiante, ce qui est économiquement intéressant.

A titre d'exemple de substrats, on peut citer les substrats métalliques ou comprenant une partie métallique, par exemple en fer, en acier ordinaire ou galvanisé, en aluminium ou alliage d'aluminium, les substrats en bois, en matières plastiques, en verre, ciment, terre cuite, et d'une manière générale les matériaux composites dont au moins un des éléments peut être choisi dans la liste précédente.

Préalablement à l'enduction de poudres, le substrat peut subir un ou plusieurs traitements de surface tels que dégraissage alcalin, décapage, brossage, grenaillage, phosphatation, rinçage à chaud, etc. Contrairement au procédé de trempage dans les bains fluidisés classiques (non électrostatiques) qui nécessite un chauffage du substrat à des températures de l'ordre de 300 °C, certains traitements de surface qui se dégradent à haute température sont utilisables, à savoir phosphatations Fe, Zn, galvanisation, ainsi que l'enduction préalable à l'aide de primaire.

Afin d'améliorer l'adhérence du revêtement et/ou sa résistance à la corrosion, on peut appliquer un primaire d'adhérence soit sous forme liquide sous forme pulvérulente.

Les poudres de revêtement utilisables dans le cadre de la présente invention peuvent constituer le primaire d'adhérence et/ou le revêtement superficiel ; elles présentent une résistivité volumique comprise entre 10^{12} et $10^{17} \Omega \cdot m$ et de préférence comprise entre 10^{13} et $10^{16} \Omega \cdot m$.

La résistivité volumique des poudres est mesurée à l'aide d'une cellule de résistivité dont l'électromètre a une résistance supérieure à $10^{11} \Omega$. On place dans la cellule une hauteur de poudre de 1 cm après tassage, applique à la cellule une tension V de 100 kV et mesure l'intensité I du courant qui traverse la cellule.

La résistivité ρ est donnée par la formule $\rho = (V \cdot A) / (I \cdot d)$ où A est la section de la cellule, d la hauteur de la poudre, ici 1 cm , V la tension et I l'intensité du courant.

Les poudres selon l'invention sont à base de matières plastiques ou résines thermoplastiques et/ou thermodurcissables.

A titre d'exemple de résines thermoplastiques, on peut citer

- * les polyoléfines telles que PE, PP, leurs copolymères ou alliages

- * le PVC

- * les polyamides aliphatiques, cycloaliphatiques et/ou aromatiques, tels que

- 5 les PA-11, PA-12, PA-12,12, PA-6, PA-6,6, PA-6,12, les élastomères thermoplastiques à base de polyamide, seuls, en mélange et/ou copolymérisés.

A titre d'exemple de résines thermodurcissables, on peut citer

- * les résines époxydes, époxy/phénoliques,

- * les hybride époxy/polyester.

- 10 Les résines acryliques, polyesters et polyuréthanes qui conviennent également peuvent être soit thermoplastiques, soit thermodurcissables

Les poudres de revêtement selon l'invention sont des compositions à plusieurs constituants avec un ou plusieurs polymère majoritaires tel que PA, PE et peuvent contenir divers additifs et/ou charges.

- 15 La résistivité volumique à prendre en compte est celle de la composition finale et non pas celle du constituant majoritaire.

Les poudres utilisables dans le cadre de l'invention ont un diamètre moyen en général compris entre 80 et 150 μm et de préférence voisin de 100 μm . Leur diamètre maximum est en général inférieur à 500 μm , et de préférence inférieur à 20 300 μm . Ce sont des granulométries couramment rencontrées pour le trempage dans des bains fluidisés non électrostatiques

- Il est également possible d'utiliser des poudres de granulométrie couramment rencontrée pour l'application à l'aide de pistolet électrostatique : diamètre moyen compris entre 20 et 40 μm . Dans ce cas, on préfère ajouter un 25 agent de fluidisation, tel que Al_2O_3 , en quantité en général comprise entre 0,5 et 2 % en poids de la composition de la poudre de revêtement.

On peut choisir d'appliquer sur le substrat à revêtir une couche selon le procédé décrit plus haut et d'appliquer le ou les autres couches selon une technique d'application différente (revêtement liquide, pistolet électrostatique, bain fluidisé,...).

- 30 Si le primaire est appliqué sous forme de poudre, par exemple dans un bain électrostatique fluidisé selon l'invention, on peut appliquer le revêtement superficiel dans un autre bain fluidisé selon l'invention sans procéder au préalable à sa filmification par cuisson intermédiaire.

- Si un primaire sous forme liquide est utilisé, on préfère le laisser sécher 35 quelques minutes, par exemple à température ambiante, avant de procéder au trempage dans le bain fluidisé selon l'invention.

Afin d'assurer un revêtement de poudre le plus régulier et le plus uniforme possible et ce, sur toute la surface du substrat à revêtir, on préfère assurer un

mouvement relatif entre le substrat à revêtir et le bain fluidisé de particules pulvérulentes.

On peut maintenir la cuve fixe et plonger le substrat à revêtir dans la masse pulvérulente que l'on maintient sous agitation tournante, ascendante, descendante, etc. On peut également maintenir le substrat immobile et par un système de levier approprié de la cuve de fluidisation soulever ladite cuve jusqu'à ce que le substrat soit immergé dans la matière pulvérulente et assurer une agitation du bain de poudre au moyen d'un système de vibration de la cuve.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois la limiter.

Le bain fluidisé et les électrodes sont telles que dessinées sur la Figure.

Deux électrodes semi-conductrices de résistivité surfacique comprise entre 10^8 et $10^{10} \Omega.m$ ont été réalisées par la demanderesse en incorporant 7 % en poids de noir de carbone à du caoutchouc naturel. Leurs dimensions sont $500 \times 300 \times 6$ mm ; elles ont été placées dans une cuve en PVC à fond poreux (fritté de PE) de dimension $530 \times 330 \times 300$ mm.

Dans tous les exemples, la viscosité en solution est mesurée dans le méthacrésol à 20 °C en solution à 0,5 g de polymère pour 50 ml de solvant et est exprimée en dl/g

EXEMPLE 1

Le substrat est constitué par un grillage de dimension 100×150 mm obtenu par soudure à angles droits de fils d'acier ordinaire dégraissé et grenailé de diamètre 3,25 mm, la dimension des mailles du grillage étant de 50×50 mm.

Les poudres de revêtement sont constituées de

* 92 parties en poids de PA-11 de viscosité en solution d'environ 1 dl/g de diamètre moyen 100 μm , de diamètre maximum inférieur à 300 μm et dont 1 % en poids des particules a un diamètre inférieur à 40 μm

* 8 parties en poids de TiO_2 submicronique (diamètre moyen 0,05 μm)

* 0,05 partie en poids d'agent de fluidisation.

Leur résistivité volumique est de $2.10^{13} \Omega.m$

On plonge le substrat à revêtir verticalement (le grand côté (3 mailles) du grillage est plongé perpendiculairement au fond de la cuve) dans un bain fluidisé dans lequel on dispose également 2 électrodes semi-conductrices (cf Fig) et de résistivité surfacique 10^8 - $10^{10} \Omega.m$; la face arrière de cette électrode est constituée d'un matériau de résistivité surfacique 10^7 - $10^8 \Omega.m$ contre-collé.

A titre comparatif, on plonge le substrat à revêtir dans un bain fluidisé électrostatique dans lequel on dispose 2 électrodes semi-conductrices de résistivité surfacique 10^8 - $10^{10} \Omega.m$ dont la face arrière est partiellement contre-collée sur laquelle on a contre-collé matériau isolant selon DD 242.353.

La tension appliquée aux électrodes est de +8 kV. On mesure le temps de trempage du substrat qui est nécessaire pour que l'épaisseur du revêtement au centre du grillage soit égale à 130 μm et on détermine les épaisseurs de revêtement en périphérie du grillage (aux 4 sommets et au milieu des 4 côtés).

- 5 Les résultats sont réunis dans les tableaux 1 (électrodes selon l'invention) et 2 (électrodes selon DD 242.353).

TABLEAU 1

e (μm)	Droit	Milieu	Gauche
Haut	230	140	240
Milieu	220	130	230
Bas	240	130	240

Temps de trempage : 5 s

TABLEAU 2

e (μm)	Droit	Milieu	Gauche
Haut	330	200	320
Milieu	200	130	200
Bas	230	150	250

- 10 Temps de trempage : 8 s

On constate que la variation d'épaisseur entre le centre du grillage et les bords n'est de 77 % avec une électrode semi-conductrice selon l'invention alors qu'elle atteint 146 % avec une électrode semi-conductrice selon DD 242.353.

- 15 On remarque également un nombre plus important de piqûres du revêtement au niveau des intersections des fils du grillage (absence de revêtement)

EXEMPLE 2.

- Le substrat est constitué par une plaque d'acier de 100 mm de côté d'épaisseur 3 mm. Il est revêtu dans les mêmes conditions opératoires que celle du substrat de l'exemple 1 (mêmes poudres de revêtement ; épaisseur du revêtement au niveau du centre de la pièce : 130 μm) et on mesure l'épaisseur du revêtement aux 4 sommets de la pièce.

On effectue les mêmes mesures dans un bain fluidisé muni de 2 électrodes selon DD 242.353.

Les résultats sont réunis dans les tableaux 3 et 4.

- 25 TABLEAU 3

e (μm)	Bord droit	Bord gauche
Bord supérieur	250	240
Bord inférieur	230	230

TABLEAU 4

e (µm)	Bord droit	Bord gauche
Bord supérieur	330	340
Bord inférieur	300	290

On constate que la variation d'épaisseur entre le centre de la plaque et les sommets n'est de 77 % avec 2 électrodes semi-conductrices selon l'invention alors qu'elle atteint 146 % avec 2 électrodes semi-conductrices selon DD 242.353.

5 **EXEMPLE 3**

Après enduction d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 à l'aide d'un primaire liquide de type époxy/phénolique d'épaisseur 10-15 µm, on laisse sécher 15 min à température ambiante avant de procéder au revêtement superficiel du grillage avec des poudres de résistivité volumique $6.10^{13} \Omega.m$, constituées de

10 * 93 parties en poids de PA-12 de viscosité en solution d'environ 1 dl/g de diamètre moyen 100 µm, de diamètre maximum inférieur à 300 µm

* 7 parties en poids de TiO_2 submicronique (diamètre moyen 0,05 µm)

* un agent de fluidisation

dans des conditions opératoires similaires (temps de trempage : 8 sec ;

15 tension appliquée à l'électrode semi-conductrice : 10 kV).

On procède ensuite à la cuisson du grillage ainsi revêtu par passage dans un four à 220 °C pendant 5 minutes.

On obtient un dépôt uniforme du revêtement ainsi qu'un excellent recouvrement des fils, notamment aux intersections du grillage avec un très bon aspect du revêtement.

20 **EXEMPLE 4**

Après enduction d'un primaire liquide selon l'exemple 3, on procède au revêtement superficiel du grillage avec des poudres de mêmes caractéristiques que celles de l'exemple 1, dans des conditions opératoires similaires (temps de trempage : 3 sec ; tension appliquée aux électrodes semi-conductrices : +10 kV).

On procède ensuite à la cuisson du grillage ainsi revêtu par passage dans un four à 220 °C pendant 5 minutes.

On obtient un dépôt uniforme du revêtement ainsi qu'un excellent recouvrement des fils, notamment aux intersections du grillage avec un très bon aspect du revêtement.

30 **EXEMPLE 5 (comparatif)**

On procède au revêtement superficiel d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 avec des poudres de résistivité volumique $3.10^{10} \Omega.m$ et constituées de PA-6 sous forme de billes microporeuses de diamètre moyen 40 µm et de diamètre

maximum inférieur à 80 μm , de viscosité en solution d'environ 0,83 dl/g dans un bain fluidisé tel que décrit dans l'exemple 1 suivi d'une cuisson au four.

- On constate que quel que soit le potentiel auquel on porte l'électrode semi-conductrice, le dépôt de poudre sur le grillage est très peu homogène avec
5 notamment un recouvrement trop important aux extrémités du grillage.

EXEMPLE 6 (comparatif)

- On procède au revêtement d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 avec des poudres de résistivité volumique inférieure à $10^{10} \Omega\cdot\text{m}$ et constituées de PVC de K
WERT 57, plastifié avec du dioctylphthalate et stabilisé à l'étain, de diamètre moyen
10 150 μm et de diamètre maximum inférieur à 400 μm dans un bain fluidisé tel que décrit dans l'exemple 1.

Aucun dépôt de poudre ne se forme sur le grillage, quelles que soient la tension et la polarité des électrodes.

EXEMPLE 7

- On procède au revêtement d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 avec des poudres de résistivité volumique $8.10^{14} \Omega\cdot\text{m}$ et constituées de copolymère éthylène/acide acrylique contenant 7 % en poids d'acide acrylique, de diamètre moyen 100 μm et de diamètre maximum inférieur à 300 μm dans un bain fluidisé tel que décrit dans l'exemple 1 et dans des conditions opératoires similaires (temps de
20 trempage : 6 s ; tension appliquée à l'électrode semi-conductrice : +10 kV).

On procède ensuite à la cuisson du grillage ainsi revêtu par passage dans un four à 210 °C pendant 10 minutes.

- On obtient un dépôt uniforme du revêtement ainsi qu'un excellent recouvrement des fils, notamment aux intersections du grillage avec une très bonne
25 filmification du revêtement.

EXEMPLE 8

- On procède au revêtement d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 avec des poudres de résistivité volumique supérieure à $10^{16} \Omega\cdot\text{m}$ et constituées de 100 parties en poids de PA-11 de viscosité en solution d'environ 1,15 dl/g, de diamètre moyen 100 μm , de diamètre maximum inférieur à 300 μm et dont 1% en poids des
30 particules a un diamètre inférieur à 40 μm et de 0,05 parties en poids d'agent de fluidisation dans un bain fluidisé tel que décrit dans l'exemple 1 et dans des conditions opératoires similaires. Le PA-11 utilisé a été polymérisé en présence de H_3PO_4 alors que les PA-11 des exemples 1, 2, 4 ont été polymérisés en présence
35 de H_3PO_2 .

Le dépôt de la poudre sur le substrat est difficile.

EXEMPLE 9

Après enduction d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 à l'aide d'un primaire liquide de type époxy/phénolique d'épaisseur 10-15 μm , on laisse sécher 15 min à température ambiante avant de procéder au revêtement superficiel du grillage avec des poudres constituées de

- 5 * 100 parties en poids de PA-11 de l'exemple 8,
- * 5 parties en poids de carbonate de calcium
- * 0,5 partie en poids de noir de carbone submicronique
- * 0,5 partie en poids d'anti-oxydant,
- * 0,4 partie en poids d'anti-cratère
- 10 * 0,05 partie en poids d'agent de fluidisation

obtenues par extrusion des constituants

dans un bain fluidisé tel que décrit dans l'exemple 1 et dans des conditions opératoires similaires (temps de trempage : 3 s ; tension appliquée à l'électrode semi-conductrice : +10 kV).

- 15 On procède ensuite à la cuisson du grillage ainsi revêtu par passage dans un four à 220 °C pendant 5 minutes.

On obtient un dépôt uniforme du revêtement ainsi qu'un excellent recouvrement des fils, notamment aux intersections du grillage avec un très bon aspect du revêtement.

20 **EXEMPLE 10**

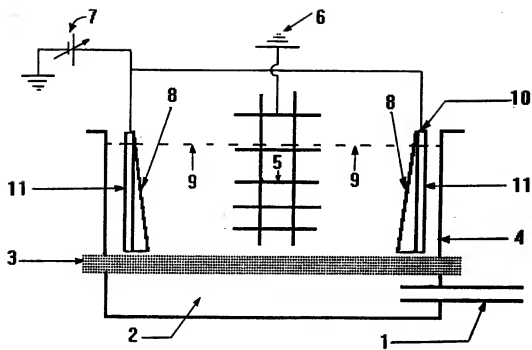
- Après enduction d'un grillage tel que défini à l'exemple 1 à l'aide d'un primaire en poudre de type époxy/dicyandiamide en proportions stoechiométriques à l'aide d'un pistolet électrostatique (tension +30 kV), on procède au revêtement superficiel du grillage avec des poudres de mêmes caractéristiques que celles de l'exemple 9 dans
- 25 des conditions opératoires similaires (temps de trempage : 10 s ; tension appliquée à l'électrode semi-conductrice : +15 kV).

On procède ensuite à la cuisson du grillage ainsi revêtu par passage dans un four à 200 °C pendant 5 minutes.

- On obtient un dépôt uniforme du revêtement d'épaisseur comprise entre 160
- 30 et 300 μm ainsi qu'un excellent recouvrement des fils, notamment aux intersections du grillage avec une très bonne filmification du revêtement.

REVENDECATIONS

1. Electrode de charge semi-conductrice de résistivité surfacique comprise entre 10^6 et 10^{12} $\Omega.m$, et de préférence comprise entre 10^8 et 10^{10} $\Omega.m$, caractérisée en ce qu'elle est constituée d'une matrice isolante ou semi-conductrice dans laquelle sont éventuellement incorporées des particules conductrices ou semi-conductrices minérales et/ou organiques.
2. Electrode selon la revendication 1, caractérisée en ce que la matrice isolante est à base de caoutchouc naturel et les particules conductrices incorporées sont du noir de carbone.
3. Electrode selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de parallélépipède, éventuellement tronqué.
4. Electrode composite dont une partie est constituée par une électrode telle que définie par l'une quelconque des revendications 1 à 3 et sa face arrière est constituée par un élément de résistivité inférieure (11).
5. Procédé de revêtement dans un bain fluidisé de substrats à l'aide de compositions pulvérulentes chargées électrostatiquement, caractérisé en ce que la charge des poudres est assurée par une ou plusieurs électrodes semi-conductrices telle(s) que définies par l'une quelconque des revendications 1 à 4 reliées à un générateur de haute tension stabilisée et en ce que les poudres ont une résistivité volumique comprise entre 10^{12} et 10^{17} $\Omega.m$ et de préférence comprise entre 10^{13} et 10^{16} $\Omega.m$.
6. Procédé de revêtement selon la revendication 5, caractérisé en ce que les compositions pulvérulentes sont à base de polyamide, polyoléfines, résines époxydes et/ou résines polyesters.
7. Procédé de revêtement selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que le contact de jonction de la ou des électrodes au(x) générateurs de tension, ponctuel ou non, est placé à l'arrière de la ou des électrodes et est de préférence constitué d'un élément semi-conducteur qui se prolonge avantageusement au-delà de la cuve de bain fluidisé.
8. Procédé de revêtement selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisé en ce que la ou les électrodes et éventuellement la cuve sont soumis à des mouvements vibratoires.
9. Substrats non isolants électriquement, de préférence en forme de fils, grillages revêtus selon le procédé tel que défini par l'une quelconque des revendications 5 à 8, tels que paniers de lave-vaisselle, chariots de supermarché.



FIGURE

